


# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

## PCT

### INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

(Kapitel II des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 0000055298	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Formblatt PCT/PEA416	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP2005/000774	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 27.01.2005	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 29.01.2004
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C07C253/10		
Anmelder BASF AKTIENGESELLSCHAFT		
<p>1. Bei diesem Bericht handelt es sich um den internationalen vorläufigen Prüfungsbericht, der von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde nach Artikel 35 erstellt wurde und dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt wird.</p> <p>2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.</p> <p>3. Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; diese umfassen</p> <p>a. <input checked="" type="checkbox"/> (an den Anmelder und das Internationale Büro gesandt) insgesamt 2 Blätter; dabei handelt es sich um</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Blätter mit der Beschreibung, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit Berichtigungen, denen die Behörde zugestimmt hat (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsvorschriften).</p> <p><input type="checkbox"/> Blätter, die frühere Blätter ersetzen, die aber aus den in Feld Nr. 1, Punkt 4 und im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde eine Änderung enthalten, die über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgeht.</p> <p>b. <input type="checkbox"/> (nur an das Internationale Büro gesandt) insgesamt (bitte Art und Anzahl der/des elektronischen Datenträger(s) angeben), der/die ein Sequenzprotokoll und/oder die dazugehörigen Tabellen enthält/enhalten, nur in computerlesbarer Form, wie im Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll angegeben (siehe Abschnitt 802 der Verwaltungsvorschriften).</p>		
<p>4. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. I Grundlage des Bescheids</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. II Priorität</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. III Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. IV Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. VI Bestimmte angeführte Unterlagen</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. VII Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung</p> <p><input type="checkbox"/> Feld Nr. VIII Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung</p>		
Datum der Einreichung des Antrags  27.01.2005	Datum der Fertigstellung dieses Berichts  20.01.2006	
Name und Postanschrift der mit der internationalen Prüfung beauftragten Behörde   Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter  Cooper, S  Tel. +49 89 2399-8323	

BEST AVAILABLE COPY



# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2005/000774

## Feld Nr. I Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Sprache** beruht der Bericht auf der internationalen Anmeldung in der Sprache, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.
  - ☐ Der Bericht beruht auf einer Übersetzung aus der Originalsprache in die folgende Sprache, bei der es sich um die Sprache der Übersetzung handelt, die für folgenden Zweck eingereicht worden ist:
    - ☐ internationale Recherche (nach Regeln 12.3 und 23.1 b))
    - ☐ Veröffentlichung der internationalen Anmeldung (nach Regel 12.4)
    - ☐ internationale vorläufige Prüfung (nach Regeln 55.2 und/oder 55.3)
2. Hinsichtlich der **Bestandteile\*** der internationalen Anmeldung beruht der Bericht auf (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt*):

### Beschreibung, Seiten

1-41 in der ursprünglich eingereichten Fassung

### Ansprüche, Nr.

1-9 eingegangen am 28.11.2005 mit Schreiben vom 22.11.2005

### Zeichnungen, Blätter

1/6-6/6 in der ursprünglich eingereichten Fassung

☐ einem Sequenzprotokoll und/oder etwaigen dazugehörigen Tabellen - siehe Zusatzfeld betreffend das Sequenzprotokoll

3. ☐ Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:
  - ☐ Beschreibung: Seite
  - ☐ Ansprüche: Nr.
  - ☐ Zeichnungen: Blatt/Abb.
  - ☐ Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
  - ☐ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):
4. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der diesem Bericht beigelegten und nachstehend aufgelisteten Änderungen erstellt worden, da diese aus den im Zusatzfeld angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2 c)).
  - ☐ Beschreibung: Seite
  - ☐ Ansprüche: Nr.
  - ☐ Zeichnungen: Blatt/Abb.
  - ☐ Sequenzprotokoll (*genaue Angaben*):
  - ☐ etwaige zum Sequenzprotokoll gehörende Tabellen (*genaue Angaben*):

\* Wenn Punkt 4 zutrifft, können einige oder alle dieser Blätter mit der Bemerkung "ersetzt" versehen werden.

# INTERNATIONALER VORLÄUFIGER BERICHT ÜBER DIE PATENTIERBARKEIT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP2005/000774

---

## Feld Nr. V Begründete Feststellung nach Artikel 35 (2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

---

- |                                |  |
|--------------------------------|--|
| 1. Feststellung                |  |
| Neuheit (N)                    | Ja: Ansprüche 1-9<br>Nein: Ansprüche   |
| Erfinderische Tätigkeit (IS)   | Ja: Ansprüche 1-9<br>Nein: Ansprüche   |
| Gewerbliche Anwendbarkeit (IA) | Ja: Ansprüche: 1-9<br>Nein: Ansprüche: |

2. Unterlagen und Erklärungen (Regel 70.7):

**siehe Beiblatt**

D1 = DE-A-196 52 273

**Zu V.**

- 1). Die vorliegende Anmeldung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 3-Pentennitril aus Butadien und Cyanwasserstoff im Gegenwart von einem homogen gelösten Ni(0)-Katalysator, der durch Phosphorliganden stabilisiert ist. Es ist durch eine dreistufige destillative Aufarbeitung des Reaktorausstrags gekennzeichnet: in der ersten Stufe wird ein butadienreiches Kopfprodukt abgezogen. In der zweiten Stufe wird ein butadienhaltiges Kopfprodukt abgezogen, seitlich ein 3-pentennitril- und 2-methyl-3-butennitrilhaltiges Produkt abgezogen, und als Sumpfprodukt ein Katalysatorhaltiges Produkt erhalten. In der dritten Stufe wird das 3-pentennitril- und 2-methyl-3-butennitrilhaltiges Produkt aus der zweiten Stufe in seine Komponenten getrennt.
- 2). Das einzige im Recherchenbericht zitierte Dokument, das die Herstellung von 3-Pentennitril betrifft, gibt nur den Hinweis, daß der Reaktoraustrag blausäure- und butadienfrei gestrippt wird, und der flüssig/feste Austrag "destillativ zur Abtrennung der Wertprodukte und Rückgewinnung des..... Katalysators" aufgearbeitet wird (siehe Beispiel 1). Der Gegenstand des vorliegenden Anspruchs 1 wird daher als neu gesehen.
- 3). Die Aufgabe der vorliegenden Anmeldung ist es, nicht umgesetztes Butadien und Katalysator von dem 3-Pentennitril zu trennen und in die 3-Pentennitrilherstellung zurückzuführen, dabei aber möglichst wenig 2-Methyl-3-butennitril in den Reaktor zurückzuführen bzw. im 3-Pentennitrilprodukt zu bekommen, und aber auch den Katalysator möglichst wenig thermisch zu belasten. 3-Pentennitril wird zur Herstellung von Adiponitril eingesetzt. Da in dieser Reaktion etwaig vorhandenes 2-Methyl-3-butennitril zu Methylglutarnitril umgesetzt wird, das eine unerwünschte Verunreinigung von Adiponitril ist, muß dessen Gehalt im gesamten Verfahren zur Herstellung von Adiponitril möglichst gering gehalten werden.
- 4). Durch die anmeldungsgemäße dreistufige destillative Aufarbeitung dürfte diese Aufgabe optimal gelöst sein. Das am niedrigsten siedende Butadien kann ohne zu große thermische Belastung des Katalysators in der ersten Stufe zurückgewonnen werden; die schwierigere Trennung der ähnlich siedenden 3-Pentennitril und 2-Methyl-3-Pentennitril wird aber nach der Abtrennung des Katalysators verlegt. Auf

diese Weise bleibt dem Katalysator eine längere thermische Belastung verschont und gleichzeitig die Möglichkeit einer unerwünschten katalysierten Isomerisierung des 3-Pentennitrils in das unerwünschte 2-Methyl-3-pentennitrils begrenzt. Diese Verfahrensweise und die daraus resultierenden Vorteile sind nicht aus der einfachen Indiz einer destillativen Aufarbeitung gemäß D1 herleitbar, so daß eine erfinderische Tätigkeit anerkannt wird.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von 3-Pentennitril, gekennzeichnet durch die folgenden Verfahrensschritte:

5

10

15

20

25

30

35

40

(a) Umsetzung von 1,3-Butadien mit Cyanwasserstoff an mindestens einem Katalysator unter Erhalt eines Stromes 1, der 3-Pentennitril, 2-Methyl-3-butennitril, den mindestens einen homogen gelösten Nickel(0)-Katalysator, der mit Phosphorliganden stabilisiert ist und die Phosphorliganden ausgewählt sind aus der Gruppe, bestehend aus Phosphinen, Phosphiten, Phosphiniten und Phosponiten und 1,3-Butadien enthält,

(b) Destillation des Stromes 1 in einer Kolonne unter Erhalt eines an 1,3-Butadien reichen Stromes 2 als Kopfprodukt und eines an 1,3-Butadien armen Stromes 3 als Sumpfprodukt, der 3-Pentennitril, den mindestens einen Katalysator und 2-Methyl-3-butennitril enthält,

(c) Destillation des Stromes 3 in einer Kolonne unter Erhalt eines Stromes 4 als Kopfprodukt, der 1,3-Butadien enthält, eines Stromes 5 an einem Seitenabzug der Kolonne, der 3-Pentennitril und 2-Methyl-3-butennitril enthält, und eines Stromes 6 als Sumpfprodukt, der den mindestens einen Katalysator enthält,

(d) Destillation des Stromes 5 unter Erhalt eines Stromes 7 als Kopfprodukt, der 2-Methyl-3-butennitril enthält, und eines Stromes 8 als Sumpfprodukt, der 3-Pentennitril enthält,

mit der Maßgabe, dass in den Verfahrensschritten (b) und (c) die Sumpftemperaturen 140°C nicht übersteigen und die Summe der mittleren Verweilzeiten in den Destillationsvorrichtungen in den Verfahrensschritten (b) und (c) zusammen nicht größer als 10 Stunden ist.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der an 1,3-Butadien reiche Strom 2 aus Verfahrensschritt (b) zumindest teilweise in den Verfahrensschritt (a) zurückgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass in Verfahrensschritt (c) über Sumpf der Strom 6 mit einer Konzentration von 2-Methyl-3-butennitril gewonnen wird, die im Vergleich zum Strom 5 erniedrigt ist, wobei sich die Erniedrigung auf das Verhältnis der Konzentrationen von 2-Methyl-3-butennitril zu trans-3-Pentennitril bezieht.

## 43

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der Strom 6 aus Verfahrensschritt (c) zumindest teilweise in den Verfahrensschritt (a) zurückgeführt wird.
- 5 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Strom 4 aus Verfahrensschritt (c) zumindest teilweise in Verfahrensschritt (a) und/oder (b) zurückgeführt wird.
- 10 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Strom 5 am Seitenabzug in Verfahrensschritt (c) dampfförmig entnommen wird.
- 15 7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Strom 7 aus Verfahrensschritt (d) zumindest teilweise in Verfahrensschritt (a) und/oder Verfahrensschritt (b) zurückgeführt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass in Verfahrensschritt (c) 1 bis 50 destillative Trennstufen zwischen der Position des Seitenabzugs und dem Sumpf sind.
- 20 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass der Anteil an 2-Methyl-3-butenitril in dem in Verfahrensschritt (c) erhaltenen Katalysatorstrom 6 0 bis 5 Gew.-% beträgt.